

DECOMPOSITION TEMPERATURE MEASURING APPARATUS

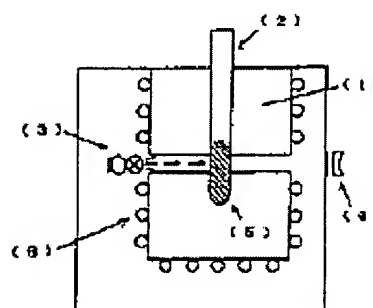
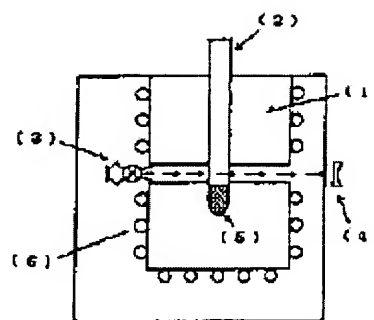
Patent number: JP4172240
Publication date: 1992-06-19
Inventor: HARADA KENJI
Applicant: EIWA KASEI KOUGIYOU KK
Classification:
- **International:** G01N21/59; G01N25/02; G01N25/04; G01N21/59;
G01N25/02; (IPC1-7): G01N21/59; G01N25/02;
G01N25/04
- **European:**
Application number: JP19900299466 19901105
Priority number(s): JP19900299466 19901105

Report a data error here

Abstract of JP4172240

PURPOSE: To automate the measurement of the decomposition temperature of a pyrolytic chemical material in compliance with the melting point measuring method of JIS by optically detecting the gas and sublimate which are generated by the decomposition of the pyrolytic chemical material.

CONSTITUTION: A pyrolytic chemical material, e.g. azodicarbonamide, is filled in a glass capillary in compliance with the melting-point measuring method of chemical products of JIS K 0064. The capillary 2 which is filled with the sample 5 is inserted into a heating furnace whose starting temperature is set at, e.g. 170 deg.C beforehand. At this time, the temperature of the furnace is increased at the speed of 5 deg.C per minute. Then, the transmission degree is decreased during the decomposition step. The transmission-degree decreasing curve is automatically recorded. The curving point of the transmission-degree decomposition curve is read, and the decomposition temperature can be obtained. Namely, the gas and the sublimate which are generated by the decomposition of the pyrolytic chemical material can be optically detected.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑫ 公開特許公報(A) 平4-172240

⑤ Int. Cl.⁵G 01 N 25/02
21/59
25/04

識別記号

Z
Z
A

庁内整理番号

8310-2J
7529-2J
8310-2J

⑬ 公開 平成4年(1992)6月19日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全4頁)

⑭ 発明の名称 分解温度測定装置

⑰ 特 願 平2-299466

⑱ 出 願 平2(1990)11月5日

⑲ 発 明 者 原 田 謙 治 愛知県半田市大池町4丁目27-17

⑳ 出 願 人 永和化成工業株式会社 京都府京都市中京区烏丸通三条下る饅頭屋町595番地の3

原田 謙治

1. 発明の名称

分解温度測定装置

2. 特許請求の範囲

1. 熱分解性化学物質の分解生成物であるガスや昇華物などによる分解温度測定用透明容器の内壁面の变化を光学的に検知することを特徴とする化学物質の分解温度測定装置。

2. 特許請求の範囲第1項において、分解温度測定用透明容器にガラスキャピラリーを用いる分解温度測定装置。

3. 特許請求の範囲第1項において、自動昇温装置および自動記録装置の付いた分解温度測定装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、熱分解性化学物質の分解温度測定において、測定作業の自動化、精度向上、省力化に関する。

さらに詳しくは、本発明は、熱分解性化学物質、

特に産業上有用なゴムおよび合成樹脂用発泡剤の品質管理項目の一つである分解温度の測定作業の自動化、精度向上、省力化された分解温度測定装置を提供することに関する。

(従来の技術)

従来、熱分解性化学物質の分解温度の測定は、J I S K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠した融点フラスコ法で測定されてきている。

たとえば、熱分解性化学物質の一つである発泡剤の分解温度測定法は、融点フラスコによる測定法で、一端を閉じた毛細管(内径0.8-1.0mm)、長さ100mmに試料をいれて3-4mmの層にする。加熱浴をあらかじめ予期の分解温度より約20℃低い温度まで加熱しておき、毛細管を入れて試料の位置が温度計の水銀球中央外側にくるようにとりつける。5℃/分の割合で加熱し、試料の毛細管壁に接した部分が一樣に崩壊液化し、微細な泡を生じ始めた時の温度を分解温度とする。

(山田 悟、ポリマーの友、2巻[5]、39-44頁(1965)) などがある。

しかしながら、この方法は、人による昇温速度調節、目視による分解温度の確認が必要であり、高精度で測定するには、労力と熟練性は多大であり、問題である。

類似のことは、化学物質の融点測定においても言え、測定作業の能率向上、精度向上のために省力化できる様々な原理による融点測定の自動化が計られている。それらの例として示差熱分析(DTA)による方法、ホットプレートを用いる方法、あるいは金属ブロック測定器による方法などがある。また、固体の化学物質は、光を反射し、融解時に透過する光学的特性を利用したJIS K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠して、自動的に測定できる融点測定器もある。該融点測定装置はキャピラリーを用い、融点測定に関しては、JIS K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠した融点フラスコ法で目視の代わりに光透過による検出方法を用いた融点測定装置であり、融点以下では試料は固体であるので、ほとんど光を透過せず、融点で試料が融解し、光透

ら、人による昇温速度調節、目視による分解点の確認と言った多大な労力と熟練性を必要とする事無く、簡単に、かつ省力化の計れる分解温度測定装置を提供しようとするものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明者は、前記目的を達成すべく、鋭意研究を重ねた結果、熱分解性化学物質の分解で発生するガスや昇華物などを光学的に検出することにより、JIS K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠した融点フラスコ法で測定されている測定結果を堅持しながら、熱分解性化学物質の分解温度測定の自動化が出来ることを見出し、本発明を完成するに至ったものである。

詳しくは、融点測定では、当然ながら融解物は液体となり、光透過性が向上するが、熱分解性化学物質の分解の場合は、固体の分解残渣が生成するため、分解物そのものを光学的に検知することは出来ず、自動化出来なかった。

そこで分解時に起こる変化、すなわち分解生成物であるガスや昇華物などによる分解温度測定用

過性が向上する特性を利用していることから、融点測定に関しては、JIS法と比較的良好な一致を示す。しかし、熱分解性化学物質は、一般に、熱分解しても固体残渣を生じるので、光透過性が向上することではなく、この融点測定装置を転用して分解温度を測定することは出来ないという欠点がある。

本発明のごとく、光学的原理に基づき、自動的に測定できる分解温度測定装置はない。

一方、熱分解性化学物質の分解温度を熱的に検知するDTAによる分解温度測定方法もあるが、それは、原理的に異なるため、JIS K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠したキャピラリーを用いる融点フラスコ法で測定した結果と同じ結果が得られ難いと言う欠点がある。

(発明が解決しようとする問題点)

従って、本発明の目的は、熱分解性化学物質の分解温度の測定において、JIS K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠した融点フラスコ法で測定されてきている測定結果を保持しながら

透明容器内壁面の変化を熱分解性化学物質の直上で、光学的に検知することにより、分解温度を測定する方法を開発した。

更に詳しくは、試料を充填した分解温度測定用透明容器の充填部のすぐ上を光軸が通過するようにし、その容器内壁面の光軸部分が、分解生成物であるガスや昇華物などにより汚染されることにより、光透過度が増加する現象を光学的に検知することにより、分解温度を測定する方法を開発した。この方法によれば、分解温度測定の自動化が容易に出来ることを見出したものであり、特に、分解温度測定用透明容器としてはガラスキャピラリーを用いることにより安価にして、かつ簡単に測定のできる装置となる。

(発明の作用)

本発明に係わる熱分解性化学物質の分解温度の測定装置は、熱分解性化学物質の分解生成物であるガス成分や昇華物などによる分解温度測定用キャピラリー内壁面の変化を光学的に検知する点に特徴がある。

本発明に適用出来る熱分解性化学物質の例を挙げると熱分解型化学発泡剤であるアゾジカルボンアミド、4, 4'-オキシビス(ベンゼンスルホニルヒドラジド)、ジニトロソペンタメチレンテトラミン、4-トルエンスルホニルヒドラジド、アゾビスイソブチロニトリルなどがある。

また、化学便覧等に記載されている熱分解性化学物質の分解温度測定を行なえることは勿論のことである。

(実施例)

実施例 1

本発明における測定原理(第1図)による分解温度測定装置において、J I S K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠して、熱分解性化学物質であるアゾジカルボンアミドをガラスキャピラリー(2)に充填し、あらかじめスタート温度を170℃に設定した加熱炉(1)に、その試料の充填されたガラスキャピラリーを挿入し、毎分5℃の速度で加熱炉の温度を昇温させた。分解過程中、透過度は減少した。その透過度減少曲線

製品の融点測定方法に準拠して、熱分解性化学物質であるアゾジカルボンアミドをガラスキャピラリーに充填する。あらかじめスタート温度に設定して置いた加熱炉中に、そのガラスキャピラリーを挿入し、毎分5℃の速度で加熱炉の温度を昇温させ、その透過度曲線を自動記録した。透過曲線を解析した結果、分解過程中、透過度は変化せず、透過度増加曲線の交点の読み取り温度は225.5℃であった。これはアゾジカルボンアミドの分解生成物の融点を示していることが分かった。

比較例 3

熱分解性化学物質の分解温度を熱的に検知する市販DTA装置を使って、熱分解性化学物質アゾジカルボンアミドの分解温度を測定した。試料量は、1.6mg、昇温速度は毎分5℃で測定した。得られたDTA曲線(第5図)を解析した結果、分解温度は200.0℃であった。

(発明の効果)

本発明に係わる分解温度測定装置は測定用ガラ

スを自動記録した(第3図)。透過度減少曲線の交点の読み取りによる分解温度は210.5℃であった。

実施例 2

熱分解性化学物質アゾジカルボンアミドを4, 4'-オキシビス(ベンゼンスルホニルヒドラジド)に代え、また、スタート温度を130℃にした他は、実施例1と同様に測定した。その透過度減少曲線(第4図)の読み取りによる分解温度は161.5℃であった。

比較例 1

J I S K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠して、熱分解性化学物質であるアゾジカルボンアミドをガラスキャピラリーに充填し、融点フラスコ法で硫酸浴を毎分5℃の速度で昇温させ、分解点を目視により読み取った。分解温度は210.5℃であった。

比較例 2

J I S法準拠による光透過方式の市販自動融点測定装置を用いて、J I S K 0064の化学

スキャピラリーに試料を充填し、分解温度測定装置の試料管に挿入するだけで、後は全自動で分解温度を測定し、記録出来るので、測定者の熟練性を必要とせず、J I S K 0064の化学製品の融点測定方法に準拠した分解温度の測定作業が能率向上かつ、正確に測定することが出来、省力化できる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、および第2図は、本発明における測定原理図で、第1図は分解温度測定開始時を示し、第2図は測定終了時を示す。図中の符号の意味は第1図、第2図、共に次のようである。

(1): 加熱炉、(2): ガラスキャピラリー、(3): 光源、(4): 検知器、(5): 測定試料、(6): ヒーター。

第3図は、アゾジカルボンアミドの場合の本発明における分解温度測定装置を用いて測定した透過度曲線(7)とその交点(8)を、またJ I S法準拠による光透過方式の市販自動融点測定装

置を用いて測定した透過度曲線(9)を示す。縦軸は透過度、横軸は温度である。

第4図は、4,4'-オキシビス(ベンゼンスルホニルヒドラジド)の場合の本発明における分解温度測定装置を用いて測定した透過度曲線(7)とその変曲点(8)を、またJIS法準拠による光透過方式の市販自動融点測定装置を用いて測定した透過度曲線(9)を示す。縦軸は透過度、横軸は温度である。

第5図は、アゾジカルボンアミドの場合の市販DTAを用いて測定したDTA曲線(10)とその発熱開始点(11)を示す。縦軸は発熱、横軸は温度である。

特許出願人 永和化成工業株式会社

